

备案号:10090—2002

HG 2939—2001

前 言

本标准的 4.2、4.3、4.4 为强制性,表 1 中砷和重金属指标为强制性,其余为推荐性。

本标准是对强制性化工行业标准 HG 2939—1987《饲料级 碘化钾》修订而成。

本标准与 HG 2939—1987 的主要技术差异如下:

——将碘化钾(KI)含量由 99.0%调至 98.0%,同时将以 I 计的碘化钾含量由 75.7%相应调至 74.9%。

——碘化钾含量的测定方法用碘酸钾滴定法代替硝酸银法。

——砷含量的测定增加了银盐法,并将银盐法作为仲裁法。

——标准由全文强制,调整为条文强制。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2939—1987。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、河北黄骅市津骅添加剂厂。

本标准主要起草人:郭凤欣、王彦、张贤文。

本标准于 1987 年首次发布为国家标准,1992 年调整为化工行业标准,1997 年重新编号为 HG 2939—1987。

本标准委托化学工业无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2939—2001

饲料级 碘化钾

代替 HG 2939—1987

Feed grade—Potassium iodide

1 范围

本标准规定了饲料级碘化钾的要求、试验方法、检验规则、标志、标签以及包装、贮存、运输。本标准适用于饲料级碘化钾。该产品主要是经预混和稀释后加在饲料中作为碘的补充剂。

分子式, KI

相对分子质量: 166.00 (按 1999 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6435—1986 饲料水分的测定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB 10648—1999 饲料标签

GB/T 13079—1999 饲料中总砷的测定方法

GB/T 15346—1994 化学试剂 包装及标志

3 要求

3.1 外观: 白色结晶。

3.2 饲料级碘化钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标
碘化钾(KI)的质量分数(以干基计)	≥ 98.0
碘化钾(以 I 计)的质量分数(以干基计)	≥ 74.9
砷(As)的质量分数	≤ 0.000 2
重金属(以 Pb 计)的质量分数	≤ 0.001
钡(Ba)的质量分数	≤ 0.001
溶解性试验	溶液澄清透明

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准

2002-07-01 实施

表 1(完)

%

项 目		指 标
干燥减量, %	≤	1.0
细度, 通过 800 μm 试验筛, %	≥	95

注: 砷和重金属含量为强制性项目, 其他为推荐性项目。

4 试验方法

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示: 试验中所用盐酸为腐蚀性试剂, 操作时应小心。如溅在皮肤上, 立即用水冲洗; 三氯甲烷为有毒、有麻醉性的试剂, 操作时应在通风橱中进行。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 亚硝酸钠溶液: 10 g/L。

4.1.1.2 盐酸溶液: 1+10。

4.1.1.3 淀粉指示剂: 10 g/L。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 碘离子的鉴别

称取约 0.5 g 试样, 置于 50 mL 烧杯中, 加 5 mL 水溶解, 加 1 mL 盐酸溶液, 加 1 mL 淀粉指示剂, 加入 1 mL 亚硝酸钠溶液, 溶液应呈蓝色。

4.1.2.2 钾离子的鉴别

用铂丝蘸取盐酸溶液, 在无色火焰中燃烧至无色。蘸取试样, 在无色火焰上燃烧, 隔钴玻璃透视, 火焰呈紫色。

4.2 碘化钾含量的测定

4.2.1 方法提要

在盐酸介质中, 用碘酸钾标准滴定溶液进行滴定, 碘化钾被氧化为碘单质, 继续用碘酸钾标准滴定溶液进行滴定, 通过三氯甲烷层中碘的颜色的消失判断终点。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸。

4.2.2.2 三氯甲烷。

4.2.2.3 碘酸钾标准滴定溶液: $c(1/6 \text{ KIO}_3)$ 约为 0.3 mol/L。

按 GB/T 601 配制和标定。

也可以按下述方法直接配制: 准确称取 10.700 g 于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下烘至恒重的基准碘酸钾, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 加适量水溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.2.3 分析步骤

称取 0.5 g 预先在 105°C 烘至恒重的试样(精确至 0.000 2 g)。置于 250 mL 锥形瓶中, 加 10 mL 水溶解, 加 35 mL 盐酸, 用碘酸钾标准滴定溶液进行滴定, 当溶液颜色为橙黄色时, 加 5 mL 三氯甲烷, 继续滴定, 同时强烈振摇, 直至三氯甲烷层颜色变为无色, 即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量分数表示的碘化钾(KI)含量(X_1), 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{cV \times 0.05533}{m} \times 100 = \frac{5.533cV}{m} \dots\dots\dots(1)$$

以质量分数表示的碘化钾(以 I 计)含量(X_2),按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{cV \times 0.04230}{m} \times 100 = \frac{4.230cV}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——碘酸钾标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——滴定试验溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.05533——与 1.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6KIO_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碘化钾 (KI) 的质量;

0.04230——与 1.00 mL 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6KIO_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碘化钾 (以 I 计) 的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值(以 KI 计)不大于 0.2%。

4.3 砷含量的测定

4.3.1 银盐法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

同 GB/T 13079—1999 第 2 章。

4.3.1.2 试剂和材料

同 GB/T 13079—1999 第 3 章。

4.3.1.3 仪器、设备

同 GB/T 13079—1999 第 4 章。

4.3.1.4 分析步骤

a) 试验溶液的制备

准确称取(10±0.01) g 试样,加适量水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

b) 工作曲线的绘制

按 GB/T 13079—1999 中 5.2 进行操作。

c) 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液,以下按 GB/T 13079—1999 中 5.3 从“准确吸取适量溶液于砷化氢发生器中”开始进行测定。

4.3.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的砷(As)含量(X_3),按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{25}{100}} \times 100 = \frac{0.0004 \times m_1}{m} \dots\dots\dots(3)$$

- c) 无砷金属锌。
- d) 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。
- e) 砷标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg As。

用移液管移取 1.00 mL 按 GB/T 602 配制的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

- f) 溴化汞试纸。
- g) 乙酸铅棉花。

4.3.2.3 仪器、设备

定砷器。

4.3.2.4 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液[4.3.1.4a)],置于定砷器的广口瓶中,加水 70 mL。加 6 mL 盐酸,摇匀,加 1 g 碘化钾及 0.2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,放置 10 min,加 2.5 g 无砷金属锌,立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管,于暗处在 25℃~30℃ 放置 1 h~1.5 h。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准所产生色斑。

标准是用移液管移取 2 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,用水稀释至 70 mL。加 6 mL 盐酸,以下操作与试样同时同样处理。

4.4 重金属含量的测定

4.4.1 方法提要

在弱酸性介质中,试样中的重金属与硫化氢作用生成褐色硫化物沉淀,与标准溶液比较。

4.4.2 试剂和材料

- 4.4.2.1 氨水溶液:2+3。
- 4.4.2.2 硫酸溶液:1+1。
- 4.4.2.3 乙酸溶液:1+2。
- 4.4.2.4 硫化钠甘油溶液:10 g/L。

称取 5 g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),溶解于 10 mL 水和 40 mL 甘油的混合液中。

4.4.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg Pb。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 仪器、设备

比色管:50 mL。

4.4.4 分析步骤

称取(2±0.01) g 试样,置于瓷蒸发皿中,加 2 mL 硫酸溶液,缓缓加热至硫酸蒸气逸尽,冷却,用少量水溶解,转移至比色管中,用氨水溶液调节溶液 pH 值为 4(用 pH 试纸检验),加 0.2 mL 乙酸溶液,用水稀释至 25 mL,加 2 滴硫化钠甘油溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于暗处放置 10 min,溶液所呈颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 2 mL 铅标准溶液,置于比色管中,加 0.2 mL 乙酸溶液,以下操作与试样同时同样处理。

4.5 钡含量的测定

4.5.1 方法提要

试样中的钡与硫酸根离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,使溶液混浊,与标准溶液比较。

4.5.2 试剂和材料

- 4.5.2.1 95%乙醇。
- 4.5.2.2 抗坏血酸。

4.5.2.3 硫酸溶液:1+8。

4.5.2.4 钡标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg Ba。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的钡标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.3 仪器、设备

比色管:50 mL。

4.5.4 分析步骤

称取(2±0.01) g 试样。置于比色管中,加 25 mL 水溶解试样,加质量分数为 95%乙醇 5 mL,0.3 g 抗坏血酸,1 mL 硫酸溶液,放置 10 min;所呈浊度不得大于标准。

标准是用移液管移取 2 mL 钡标准溶液,置于比色管中,以下操作与试样同时同样处理。

4.6 溶解性试验

称取(1±0.01) g 试样,置于试管中,加 10 mL 水溶解后立即观察,溶液应澄清透明。

4.7 干燥减量的测定

按 GB/T 6435 进行测定。

4.8 细度的测定

4.8.1 仪器、设备

金属丝编织网试验筛:R40/3 系列。φ200 mm×50 mm/0.800 mm。

4.8.2 分析步骤

称取约 50 g 试样(精确至 0.01 g),置于符合 GB/T 6003.1 的金属丝编织网试验筛中进行筛分,将筛下物称量(称准至 0.01 g)。

4.8.3 分析结果的表述

以筛下物的质量分数表示的细度(X_4),按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——试验筛下物的质量, g;

m ——试样的质量, g。

4.8.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 500 kg。

5.3 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。每一瓶为一个包装单元。采样时,将采样器自包装容器口斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 饲料级碘化钾应由生产厂的质量检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的饲料级碘化钾都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级碘化钾产品进行验收,验收时间在货到之日起一个月之内进行。

5.6 检验结果如有一指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标志、标签

- 6.1 饲料级 碘化钾包装上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”和“防晒”标志。
- 6.2 每批出厂的饲料级碘化钾都应附有按 GB 10648 要求印刷的牢固清晰的标签。

7 包装、贮存、运输

- 7.1 饲料级碘化钾的包装采用棕色玻璃瓶或塑料瓶,每瓶净含量 0.5 kg 或 1 kg。将一定数量的玻璃瓶或塑料瓶装入纸箱,其包装的性能和检验方法应符合 GB/T 15346—1994 中的 7.1 和 7.4 的规定。
- 7.2 饲料级碘化钾采用玻璃瓶或塑料瓶包装时,内外盖要盖严、压严、拧紧。
- 7.3 饲料级碘化钾应贮存于避光、干燥的地方,密封保存,严禁与有毒物品混贮。
- 7.4 饲料级碘化钾在运输中严禁倒置,防止日晒、雨淋。严禁与有毒物品混运。
- 7.5 保质期为二年。
-